

19. 1. 2004

日本国特許庁

JAPAN PATENT OFFICE

Rec'd PCT/PTO 19 JUL 2005

10/542641

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

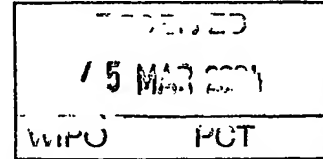
This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application: 2003年10月21日

出願番号
Application Number: 特願2003-360618

[ST. 10/C]: [JP 2003-360618]

出願人
Applicant(s): 帝人株式会社

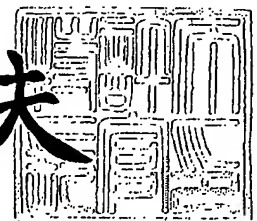


PRIORITY DOCUMENT
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH
RULE 17.1(a) OR (b)

2004年 2月20日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

今井康夫



出証番号 出証特2004-3011673

【書類名】 特許願
【整理番号】 P37194
【提出日】 平成15年10月21日
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 D01F 9/12
【発明者】
 【住所又は居所】 山口県岩国市日の出町2番1号 帝人株式会社 岩国研究センター内
 【氏名】 豊開 真之
【発明者】
 【住所又は居所】 山口県岩国市日の出町2番1号 帝人株式会社 岩国研究センター内
 【氏名】 桑原 広明
【発明者】
 【住所又は居所】 山口県岩国市日の出町2番1号 帝人株式会社 岩国研究センター内
 【氏名】 松村 俊一
【特許出願人】
 【識別番号】 000003001
 【氏名又は名称】 帝人株式会社
【代理人】
 【識別番号】 100099678
 【弁理士】
 【氏名又は名称】 三原 秀子
【手数料の表示】
 【予納台帳番号】 206048
 【納付金額】 21,000円
【提出物件の目録】
 【物件名】 特許請求の範囲 1
 【物件名】 明細書 1
 【物件名】 要約書 1
 【包括委任状番号】 0203001

【書類名】 特許請求の範囲

【請求項 1】

炭素繊維 100 重量部に対して 0.01～100 重量部の全芳香族縮合系高分子により被覆された炭素繊維。

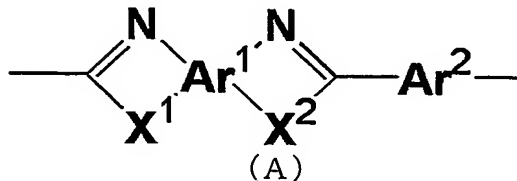
【請求項 2】

該炭素繊維がカーボンナノチューブである請求項 1 記載の炭素繊維。

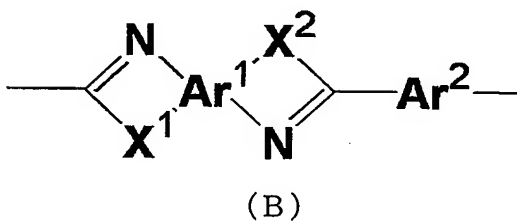
【請求項 3】

該全芳香族縮合系高分子が下記式 (A) 及びまたは (B)

【化 1】



【化 2】



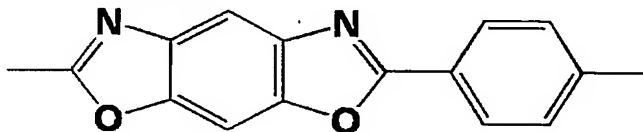
〔上記式 (A)、(B) において、 X^1 、 X^2 は O、S、および NH からなる群からそれぞれ独立に選ばれ、 Ar^1 は炭素数 6～20 の 4 価の芳香族基を表わし、 Ar^2 は炭素数 6～20 の 2 価の芳香族基を表わす。〕

を満足する全芳香族アゾールである請求項 1、2 の何れか 1 項に記載の炭素繊維。

【請求項 4】

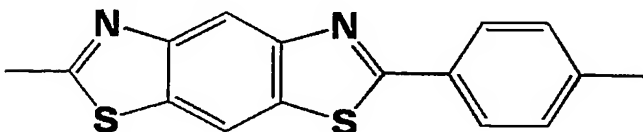
(A) で表される全芳香族アゾールが

【化 3】



およびまたは

【化 4】

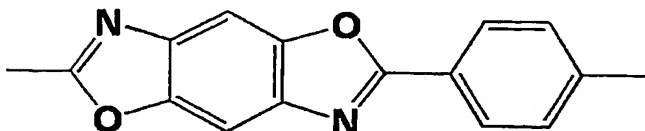


である請求項 3 に記載の炭素繊維。

【請求項 5】

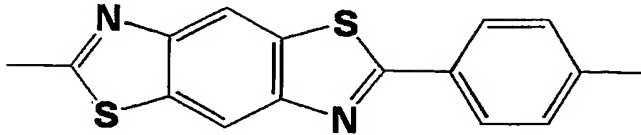
(B) で表される全芳香族アゾールが

【化 5】



およびまたは

【化6】

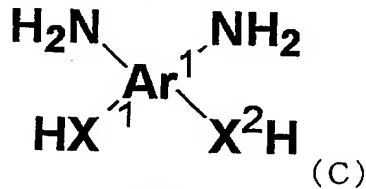


である請求項3に記載の炭素繊維。

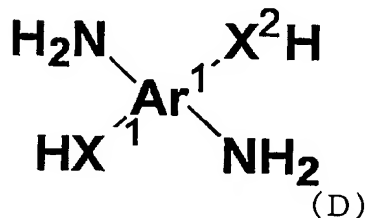
【請求項6】

下記式 (C)、(D)

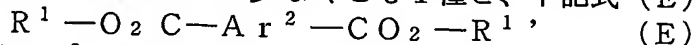
【化7】



【化8】



(上記式 (C)、(D) において、 X^1 、 X^2 は O、S、および NH からなる群からそれぞれ独立に選ばれ、 Ar^1 は炭素数 6～20 の 4 価の芳香族基を表わし、また (C)、(D) は塩酸塩でも構わない。) で表わされる芳香族アミン誘導体およびその塩酸塩からなる群から選択される少なくとも 1 種と、下記式 (E)



(Ar^2 は各々独立に炭素数 6～20 の 2 価の芳香族基を表わし、 R^1 、 R^1' は各々独立に水素あるいは炭素数 6～20 の芳香族基を表す。)

で表わされる芳香族ジカルボン酸誘導体の少なくとも 1 種とを、

下記式 (1)

$$0.8 \leq (c + d) / e \leq 1.2 \quad (1)$$

[上記式中 c は上記式 (C) で表される芳香族アミン誘導体、d は上記式 (D) で表される芳香族アミン誘導体、e は上記式 (E) で表される芳香族ジカルボン酸誘導体の各仕込みモル数である。]

を満足する割合で反応させ、得られた反応物を有機溶媒に溶かし炭素繊維成分をろ過、単離する請求項 1～3 の何れか 1 項に記載の全芳香族縮合系高分子により被覆された炭素繊維の製造方法。

【請求項7】

あらかじめ重合原料に炭素繊維を加え、全芳香族縮合系高分子の重合を行うことを特徴とする請求項 6 に記載の全芳香族縮合系高分子で被覆された炭素繊維の製造方法。

【請求項8】

硝酸および硫酸の混合溶液中で表面処理を行った炭素繊維を用いる事の特徴とする請求項 6 または 7 に記載の炭素繊維の製造方法。

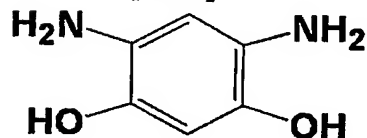
【請求項9】

ボールミル、ビーズミル、ホモジナイザー等の物理処理により炭素繊維を溶媒中に分散させた炭素繊維分散液を用いることを特徴とする請求項 6 または 7 に記載の炭素繊維の製造方法。

【請求項10】

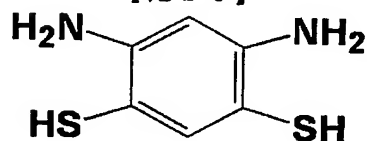
(C) で表される芳香族アミン誘導体が

【化 9】



あるいはその 2 塩酸塩
及びまたは

【化 10】

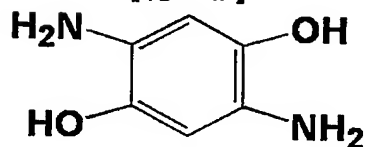


あるいはその 2 塩酸塩であり、かつ (E) で表わされる芳香族ジカルボン酸誘導体がテレフタル酸である請求項 6～9 の何れか 1 項に記載の炭素繊維の製造方法。

【請求項 11】

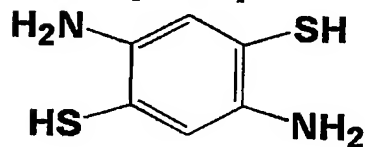
(D) で表される芳香族アミン誘導体が

【化 11】



あるいはその 2 塩酸塩
及びまたは

【化 12】



あるいはその 2 塩酸塩であり、かつ

(E) で表わされる芳香族ジカルボン酸誘導体がテレフタル酸である請求項 6～9 の何れか 1 項に記載の炭素繊維の製造方法。

【書類名】明細書

【発明の名称】全芳香族縮合系高分子により被覆された炭素繊維

【技術分野】

【0001】

本発明は全芳香族縮合系高分子で表面を被覆した炭素繊維、及びその製造方法に関するものである。

【背景技術】

【0002】

炭素繊維の表面をポリマーで被覆した報告例としては極細炭素フィブリルの表面をポリスチレン、ポリエチレン、ポリアクリル酸等のポリオレフィンで被覆し表面の濡れ性を改良したとの報告例が有る。(特許文献1)

また炭素繊維表面にカルボジイミド試薬を付着させポリアミド、ポリカーボネート等の熱可塑性樹脂との界面の接着性を改善するといった報告例が有る(特許文献2)。

【0003】

またチタン酸カリウムウイスカー表面をオルガノポリシロキサンにて被覆しポリカーボネート樹脂界面との安定性を改善するといった報告例が有る(特許文献3)。

【0004】

このほか、単層カーボンナノチューブ存在下ポリベンゾオキサゾールを重合し機械特性を改善したとの報告が有る(非特許文献1)が炭素繊維そのものの表面改質についての報告はない。

【0005】

このほか公知の技術としてガラス繊維の表面をシランカップリング剤で表面処理しマトリックスで有るポリマーとの接着性を改善する事が知られている。

【特許文献1】特開平3-287821号公報 3~4頁

【特許文献2】特開平5-106163号公報 3~4頁

【特許文献3】特開平6-322092号公報 5~10頁

【非特許文献1】Macromolecules, 35, 9039-9043 (2002)

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0006】

炭素繊維と樹脂との組成物を製造する際、炭素繊維は樹脂、および溶剤との接着性、親和性が悪く、組成物の機械強度の向上を達成する事が困難で有った。本発明の主たる課題は樹脂および溶剤との親和性を向上させることである。

【課題を解決するための手段】

【0007】

本発明は炭素繊維の表面をマトリックスで有る樹脂と相溶性の高い樹脂であらかじめ被覆することにより、樹脂および溶剤との親和性を向上した炭素繊維を提供するものである。また本発明は表面を被覆した炭素繊維の製造方法を提供するものである。

【発明の効果】

【0008】

本発明により樹脂および溶剤との親和性を向上した炭素繊維を提供することができ、炭素繊維、より好ましくは極細炭素繊維を高度に分散させた樹脂組成物を提供することが可能である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0009】

以下、本発明の具体的内容について詳述する。

(炭素繊維について)

本発明において用いられる炭素繊維、より好ましくは極細炭素繊維(N)としては、具体的には直径が300nm以下、好ましくは0.3~250nm、さらに好ましくは0.

4～100 nmのものが挙げられる。直径が0.3 nm以下のものは実質的に製造が困難であり、300 nm以上のものは溶媒中での分散の改善効果が少ない。

【0010】

またアスペクト比の好ましい値として上限の制限はないが現状の製品の点として1000以下、下限としては5.0以上さらには10.0以上、さらに好ましくは50.0以上である事が好ましい。

【0011】

極細炭素繊維の形状としてはグラフェンシートが円筒状あるいは円錐状に巻かれたもので、この円筒が単層のものでも複数の層からなるものでも構わない。またグラフェンシートがカップ状に積み重なったものでも構わない。すなわち本発明は、単層カーボンナノチューブ、多層カーボンナノチューブ、カップスタック型カーボンナノチューブ、カーボンナノホーンが好ましい。

【0012】

これら極細炭素繊維の製造方法としては従来既知の方法である気相流動法、触媒担持型気相流動法、レーザーアブレーション法、高圧一酸化炭素法、アーク放電法等が挙げられるが、これに限定されるものではない。

【0013】

(炭素繊維の前処理)

また、炭素繊維を全芳香族縮合系高分子で被覆する際、炭素繊維をあらかじめ物理処理、および／または化学処理を施しておくことが好ましい。

【0014】

化学処理の好ましい例としては硝酸および硫酸の混合液、硫酸および過酸化水素の混合液を使用することが好ましく、さらには超音波存在下で処理することがさらに好ましい。

【0015】

物理処理の好ましい例としてはボールミル、ビーズミル、超音波処理、強力なせん断処理等などが挙げられる。

【0016】

(全芳香族縮合系高分子について)

本発明における全芳香族縮合系高分子は分子鎖の構成単位が主に芳香族環からなる剛直性を持った直線状分子であり例えば、全芳香族ポリアミド、全芳香族ポリイミド、全芳香族ポリエステル、ポリベンゾオキサゾール、ポリベンゾイミダゾール、ポリベンゾチアゾール、ポリピリドビスイミダゾール、などが挙げられる。これらのなかでもポリベンゾオキサゾール、ポリベンゾイミダゾール、ポリベンゾチアゾール、ポリピリドビスイミダゾール等の全芳香族アゾールが好ましい。

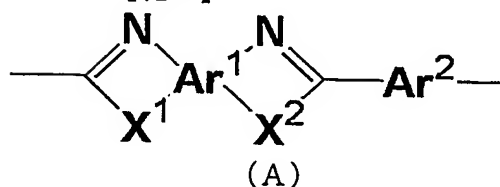
【0017】

(全芳香族縮合系高分子について)

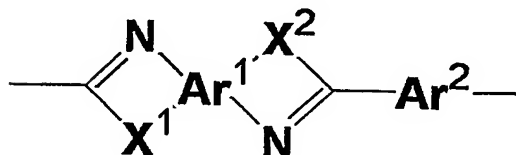
全芳香族縮合系高分子としては、下記式 (A) およびまたは (B)

【0018】

【化1】



【化2】



(B)

[上記式 (A)、(B) において、 X^1 、 X^2 は O、S、および NH からなる群からそれぞれ独立に選ばれ、 Ar^1 は炭素数 6～20 の 4 価の芳香族基を表わし、 Ar^2 は炭素数 6～20 の 2 価の芳香族基を表わす。]

の各構成単位からなる全芳香族アゾールであることが好ましい。

【0019】

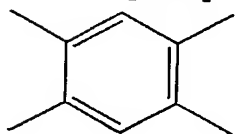
全芳香族縮合系高分子において (A)、(B) はそれぞれ単独でも、併存してもよく、(A) : (B) のモル比は 0 : 100～100 : 0 の任意の比率で適宜選択できる。

【0020】

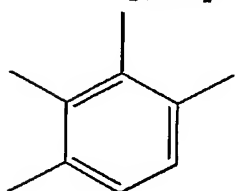
上記式 (A)、(B) における Ar^1 は、各々独立に炭素数 6～20 の 4 価の芳香族基を表わし、その具体例としては

【0021】

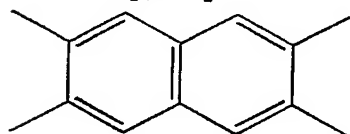
【化3】



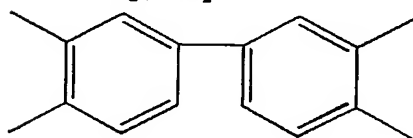
【化4】



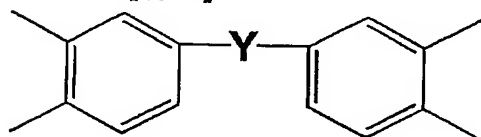
【化5】



【化6】



【化7】



[Y は O、S、SO、SO₂、NH、C(CH₃)₂ のいずれかから選ばれる。]
 等が挙げられるがこれに限定されるものではない。これらの芳香族基の水素原子のうち 1 つまたは複数がそれぞれ独立にフッ素、塩素、臭素等のハロゲン基；メチル基、エチル基、プロピル基、ヘキシル基等の炭素数 1～6 のアルキル基；シクロペンチル基、シクロヘキシル基等の炭素数 5～10 のシクロアルキル基；フェニル基等の炭素数 6～10 の芳香族基で置換されていてもよい。

【0022】

上記式 (A)、(B) における Ar^2 は、各々独立に炭素数 6 ~ 20 の 2 価の芳香族基を表わし、その具体例としては、メタフェニレン基、パラフェニレン基、オルトフェニレン基、2, 6-ナフチレン基、2, 7-ナフチレン基、4, 4'-イソプロピリデンジフェニレン基、4, 4'-ビフェニレン基、4, 4'-ジフェニレンスルフィド基、4, 4'-ジフェニレンスルホン基、4, 4'-ジフェニレンケトン基、4, 4'-ジフェニレンエーテル基、3, 4'-ジフェニレンエーテル基、メタキシリレン基、パラキシリレン基、オルトキシリレン基等が挙げられる。これらの芳香族基の水素原子のうち 1 つまたは複数がそれぞれ独立にフッ素、塩素、臭素等のハロゲン基；メチル基、エチル基、プロピル基、ヘキシル基等の炭素数 1 ~ 6 のアルキル基；シクロペンチル基、シクロヘキシル基等の炭素数 5 ~ 10 のシクロアルキル基；フェニル基等の炭素数 6 ~ 10 の芳香族基で置換されていてもよい。なお、上記式 (A) 及び／又 (B) の構成単位が、2 種以上の芳香族基からなる共重合体であっても差し支えない。

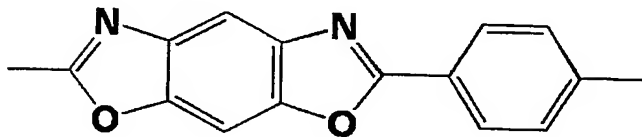
【0023】

これらの中でパラフェニレン基、2, 6-ナフチレン基が好ましい。

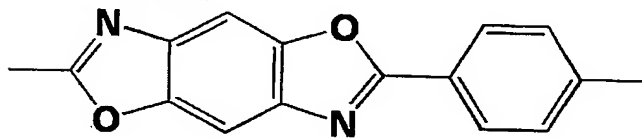
好適な全芳香族縮合系高分子としては、具体的にはポリベンゾビスオキサゾール、すなわち (A) で表される全芳香族アゾールが

【0024】

【化 8】



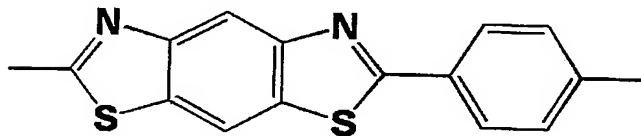
【化 9】



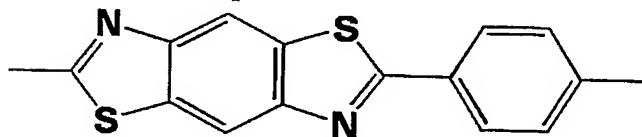
である、あるいはポリベンゾビスチアゾール、

【0025】

【化 10】



【化 11】



を好ましく例示することができる。

【0026】

これら全芳香族縮合系高分子は溶液重合法、熔融重合法など従来公知の方法にて製造する事が出来る。ポリマーの重合度としては 98 重量%濃硫酸に 0.5 g / 100 ml 溶かした溶液を 30℃にて測定した特有粘度 (inherent viscosity) η_{inh} が 0.05 ~ 1.0 (dl/g) 好ましくは 1.0 ~ 8.0 (dl/g) の間に有るものが好ましい。

【0027】

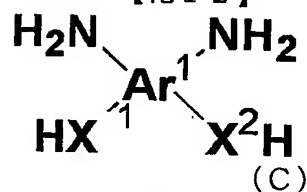
(本発明の全芳香族縮合系高分子の製造方法について)

上記の如き全芳香族縮合系高分子は、本発明に従って次の方法によって良好な生産性で工業的に製造することができる。

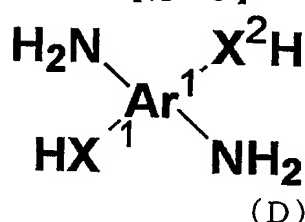
【0028】

すなわち下記式 (C)、(D)

【化12】

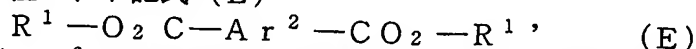


【化13】



(上記式 (C)、(D) において、 X^1 、 X^2 は O、S、および NH からなる群からそれぞれ独立に選ばれ、 Ar^1 は炭素数 6 ~ 20 の 4 価の芳香族基を表わし、また (C)、(D) は塩酸塩でも構わない。)

で表わされる芳香族アミン誘導体およびその塩酸塩からなる群から選択される少なくとも 1 種と、下記式 (E)



(Ar^2 は各々独立に炭素数 6 ~ 20 の 2 価の芳香族基を表わし、 R^1 、 R^1' は各々独立に水素あるいは炭素数 6 ~ 20 の芳香族基を表す。)

で表わされる芳香族ジカルボン酸誘導体の少なくとも 1 種とを反応させ、得られた反応物を有機溶媒に溶かし炭素繊維成分をろ過、単離する方法が挙げられる。

【0029】

上記式 (C) (D) における Ar^1 、 Ar^2 は、それぞれ全芳香族アゾールの組成に関して説明した Ar^1 、 Ar^2 と同じであり、また、一般式 (D) における R^1 、 R^1' は各々独立に、水素あるいは炭素数 6 ~ 20 の 1 価の芳香族基を表わし、芳香族機の具体例はフェニレン基、ナフタレン基、ビフェニレン基、イソプロピリデンジフェニル基、ジフェニルエーテル基、ジフェニルスルフィド基、ジフェニルスルホン基、ジフェニルケトン基等である。これらの芳香族基の水素原子のうち 1 つまたは複数が各々独立にフッ素、塩素、臭素等のハロゲン基；メチル基、エチル基、プロピル基、ヘキシル基等の炭素数 1 ~ 6 のアルキル基；シクロペンチル基、シクロヘキシル基等の炭素数 5 ~ 10 のシクロアルキル基；メトキシカルボニル基、エトキシカルボニル基等のアルコキシカルボニル基等で置換されていてもよい。

【0030】

各モノマー (反応成分) のモル数が上記数式 (1)

下記数式 (1)

$$0.8 \leq (c+d)/e \leq 1.2 \quad (1)$$

[上記式中 c は上記式 (C) で表される芳香族アミン誘導体、d は上記式 (D) で表される芳香族アミン誘導体、e は上記式 (E) で表される芳香族ジカルボン酸誘導体の各仕込みモル数である。]

を同時に満たすことが好ましい $(c+d)/e$ が 0.8 より小さい場合や 1.2 より大きい場合には、重合度の十分なポリマーを得ることが困難である場合がある。 $(c+d)/e$ の下限としては、0.9 以上が適当であり、より好ましくは 0.93 以上、さらに好ましくは 0.95 以上である。また、 $(c+d)/e$ の上限としては、1.1 以下が適当で

あり、より好ましくは 1.07 以下、さらに好ましくは 1.05 以下である。従って、本発明における c/d の最適範囲は $0.95 \leq c/d \leq 1.05$ といえることができる。

【0031】

(C)、(D) はそれぞれ単独で用いても、併用してもよく、(C) : (D) のモル比は 0 : 100 ~ 100 : 0 の任意の比率で適宜選択できる。

【0032】

反応は、溶媒中で行う反応、無溶媒の加熱溶融反応のいずれも採用できるが、例えば、後述する反応溶媒中で攪拌下に加熱反応させるのが好ましい。反応温度は、50℃から 500℃が好ましく、100℃から 350℃がさらに好ましい。50℃より温度が低いと反応が進まず、500℃より温度が高いとあるいは分解等の副反応が起こりやすくなるためである。反応時間は温度条件にもよるが、通常は 1 時間から数十時間である。反応は加圧下から減圧下で行うことができる。

【0033】

反応は、通常、無触媒でも進行するが、必要に応じてエステル交換触媒を用いてもよい。本発明で用いるエステル交換触媒としては三酸化アンチモンといったアンチモン化合物、酢酸第一錫、オクチル酸錫、ジブチル錫オキシド、ジブチル錫ジアセテートといった錫化合物、酢酸カルシウムのようなアルカリ土類金属塩、炭酸ナトリウム、炭酸カリウムのようなアルカリ金属塩等、亜リン酸ジフェニル、亜リン酸トリフェニル等の亜リン酸を例示することができる。また、反応時には酸化防止剤等の各種添加剤を併用することが好ましい。

【0034】

本発明の全芳香族縮合系高分子で被覆された炭素繊維においては重合原料である上記の (C)、(D)、(E) に反応前にあらかじめ炭素繊維 (N) を

$$0.01 \leq (n) / (x) \leq 100 \quad (3)$$

[式中、(x) は芳香族ジアミン (C)、芳香族ジカルボン酸ジアリールエステル (D)、および芳香族ジカルボン酸誘導体 (E) の重量部の総和を示し、(n) は炭素繊維 (N) の重量部を示す。]

を満足する割合で加え反応を行うことが好ましい。

ここでいう炭素繊維 (N) は先にのべたものと同義である。

【0035】

上記重量比 $(n) / (x)$ が 0.01 より小さいと、ポリマー中からの炭素繊維成分の単離が困難となることがある。また、重量比 $(n) / (x)$ が 100 より大きいと、炭素繊維のポリマーの被覆が十分でなく好ましくない。本発明者らの研究では、上記式 (3) において、 $0.01 \leq (n) / (x) \leq 10$ の範囲が好ましく、 $0.01 \leq (n) / (x) \leq 1.0$ の範囲が特に好ましい。

【0036】

またこのとき炭素繊維としては上述のとおりあらかじめ物理処理、および／または化学処理を施したものをを用いることが好ましい。化学処理の好ましい例としては硝酸および硫酸の混合液、硫酸および過酸化水素の混合液を使用することが好ましく、さらには超音波存在下で処理することがさらに好ましい。

【0037】

またボールミル、ビーズミル、ホモジナイザー、超音波処理、強力なせん断処理等の物理処理により炭素繊維を溶媒中に分散させた炭素繊維分散液を用いることが好ましい。

【0038】

上記の反応は、無溶媒で行うこともできるが、必要に応じて、りん酸、ポリりん酸、五酸化りん、1-メチル-2-ピロリドン、1-シクロヘキシル-2-ピロリドン、ジメチルアセトアミド、ジフェニルスルホン、ジクロロメタン、クロロホルム、テトラヒドロフラン等の溶媒を用いてもよい。これらの溶媒は単独で使用してもよく、2 種以上を組み合わせ用いてもよい。

【0039】

上記の方法により得られる炭素繊維を含む全芳香族アゾールをメタンスルホン酸、硫酸、1-メチル-2-ピロリドン、1-シクロヘキシル-2-ピロリドン、ジメチルアセトアミド等、に一度溶解し、過する事で本発明の全芳香族ポリエステルに被覆された炭素繊維を得る事が出来る。

【実施例】

【0040】

以下、実施例を挙げて本発明を詳述するが、本発明はこれらの実施例によって何ら限定されるものではない。

【0041】

遠心分離：MILLIPORE社製パーソナル遠心機チビタンを用いて行った。

炭素繊維を被覆する全芳香族アゾールの量：全芳香族アゾールで被覆された炭素繊維をリガク社製示差熱走査熱量天秤、TG-8120を用いAir中、昇温速度10℃/minで1500℃まで加熱し全芳香族アゾールと炭素繊維の分解に由来する重量減少の比から求めた値である。

【0042】

〔参考例1：炭素繊維の酸処理〕

昭和電工製社製カーボンナノチューブVGCF1重量部に硫酸30重量部を加えた後、硝酸10重量部をゆっくりと滴化した。滴下が終了した後、70℃の温水浴中で28kHzの超音波にて1時間処理した。反応終了後の溶液を100重量部の水に加え希釈し孔径0.22μmのテフロン(登録商標)製メンブレンフィルターにて吸引ろ過及び水にて水洗し単離した。

【0043】

〔実施例1〕

ポリりん酸9.37重量部に4,6-ジアミノレゾルシノール2塩酸塩0.21306重量部を加え176mmHg、80℃にて24時間攪拌した。反応物を60℃に冷却し五酸化りん6.82重量部、テレフタル酸0.16613重量部、参考例1にて得られた炭素繊維0.23421重量部を加え100℃で2時間、140℃で18時間攪拌した。得られた反応体を100重量部の水に加え再沈殿させた。沈殿物を硫酸100重量部で3回洗い孔径0.22μmのテフロン(登録商標)製メンブレンフィルターにて吸引ろ過洗浄し全芳香族アゾールにて被覆された炭素繊維0.21重量部を単離した。このようにして得られた被覆された炭素繊維0.1重量部を100重量部の98%硫酸中に超音波にて分散させ遠心加速度が51000m/s²の遠心分離処理を1分間行ったところ得られた沈殿物は0.02重量部であり、0.08重量部の炭素繊維は硫酸中に相溶化されていることが確認できた。100重量部のメタンスルホン酸中にて同様の処理を行ったところ得られた沈殿物は0.01重量部であり、0.09重量部の炭素繊維はメタンスルホン酸中に相溶化されていることが確認できた。

【0044】

また示差熱走査熱量天秤による測定結果炭素繊維を被覆した全芳香族アゾールの量は8.39wt%であった。

【0045】

〔比較例1〕

昭和電工製炭素繊維(VGCF)0.1重量部を100重量部の98%硫酸中に超音波にて分散させ遠心加速度が51000m/s²の遠心分離処理を1分間行ったところ得られた沈殿物は0.08重量部であり、0.02重量部の炭素繊維は硫酸中に相溶化されていることが確認できた。100重量部のメタンスルホン酸中にて同様の処理を行ったところ得られた沈殿物は0.07重量部であり、0.03重量部の炭素繊維はメタンスルホン酸中に相溶化されていることが確認できた。

結果を以下の表1にまとめる。

【0046】

【表 1】

	遠心分離			示差熱走査熱量 天秤
実施例	遠心分離に使用した溶媒/ 量 (重量部)	沈殿し回収され た炭素繊維 (重量部) / 使用 した炭素繊維 (重量部)	相溶化された 炭素繊維 (重量部)	炭素繊維を被覆 する全芳香族ア ゾールの量 (w t %)
実施例 1	硫酸 / 100	0.02 / 0.1	0.08	8.39
	メタンスルホン酸 / 100	0.01 / 0.1	0.09	
比較例 1	硫酸 / 100	0.08 / 0.1	0.02	—
	メタンスルホン酸 / 100	0.07 / 0.1	0.03	

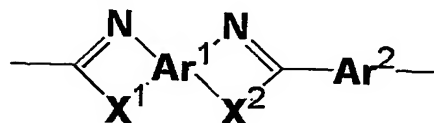
【書類名】要約書

【要約】

【課題】樹脂および溶剤との親和性を向上した炭素繊維およびその製造法を提供する。

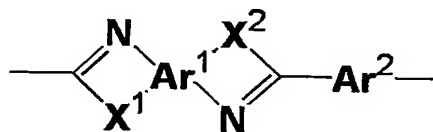
【解決手段】炭素繊維 100 重量部に対して 0.01～100 重量部の全芳香族縮合系高分子により被覆された炭素繊維およびその製造法。該全芳香族縮合系高分子が下記式 (A) 及びまたは (B)

【化 1】



(A)

【化 2】



(B)

[上記式 (A)、(B) において、 X^1 、 X^2 は O、S、および NH からなる群からそれぞれ独立に選ばれ、 Ar^1 は炭素数 6～20 の 4 価の芳香族基を表わし、 Ar^2 は炭素数 6～20 の 2 価の芳香族基を表わす。]

を満足する全芳香族アゾールであることが好ましい。

【選択図】なし

出願人履歴情報

識別番号

[000003001]

1. 変更年月日
[変更理由]

1990年 8月28日

新規登録

住所
氏名

大阪府大阪市中央区南本町1丁目6番7号
帝人株式会社